



**SINTESIS KALSIMUM ALUMINAT (CaAl_2O_4) DENGAN
VARIASI SUHU DAN WAKTU MENGGUNAKAN
METODE HIDROTERMAL SEBAGAI
KATALIS BIODIESEL**

SKRIPSI

Oleh

Hanifa Hanun
NIM 141810301024

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2020**



**SINTESIS KALSIMUM ALUMINAT (CaAl_2O_4) DENGAN
VARIASI SUHU DAN WAKTU MENGGUNAKAN
METODE HIDROTERMAL SEBAGAI
KATALIS BIODIESEL**

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat untuk menyelesaikan Program Studi Kimia (S1) dan mencapai gelar Sarjana Sains

Oleh

Hanifa Hanun
NIM 141810301024

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2020

PERSEMBAHAN

Puji syukur kehadiran Allah SWT yang Maha Pengasih lagi Maha Penyayang karena berkat ridho dan petunjuk-Nya penulisan skripsi ini dapat terselesaikan. Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Ayahanda Amir Sugiono yang tercinta, terima kasih atas segala kasih sayang, nasihat, semangat dan dukungan yang tiada hentinya dalam keadaan apapun;
2. Ibunda Wiwik Artiningsih, terima kasih atas segala doa, kasih sayang dan dukungannya;
3. Saudaraku Desi Wira Kusuma Wardina yang selalu memberikan kasih sayang dan dukungannya;
4. Almamater tercinta SDN Triwung Lor 1, SMPN 2 Probolinggo, SMAN 4 Probolinggo, serta dosen-dosen di Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember yang telah memberikan banyak ilmu dan bimbingannya;
5. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu per satu.

MOTTO

“Ada kuasa yang lebih besar dari rencana manusia. Semua tepat sesuai porsinya.
Semua lewat sesuai mampunya. Sang Pencipta, luar biasa”^{*)}



* Marchella, FP. 2018. Nanti Kita Cerita Tentang Hari Ini. Jakarta: Pop Imprint Kpg.

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

nama : Hanifa Hanun

NIM : 141810301024

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “Sintesis Kalsium Aluminat (CaAl_2O_4) dengan Variasi Suhu dan Waktu Menggunakan Metode Hidrotermal sebagai Katalis Biodiesel” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali kutipan yang sudah saya sebutkan sumbernya, belum pernah diajukan pada institusi mana pun, dan bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa ada tekanan dan paksaan dari pihak manapun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, Januari 2020

Yang menyatakan,

Hanifa Hanun
NIM 141810301024

SKRIPSI

**SINTESIS KALSIUM ALUMINAT (CaAl_2O_4) DENGAN
VARIASI SUHU DAN WAKTU MENGGUNAKAN
METODE HIDROTERMAL SEBAGAI
KATALIS BIODIESEL**

Oleh

Hanifa Hanun
NIM 141810301024

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Suwardiyanto, S.Si., M.Si., Ph.D.

Dosen Pembimbing Anggota : Novita Andarini, S.Si., M.Si.

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Sintesis Kalsium Aluminat (CaAl_2O_4) dengan Variasi Suhu dan Waktu Menggunakan Metode Hidrotermal sebagai Katalis Biodiesel” telah disetujui pada :

hari, tanggal :

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember

Tim Penguji:

Ketua,

Anggota I,

Suwardiyanto, S.Si., M.Si., Ph.D.
NIP 197501191998021001

Novita Andarini, S.Si, M.Si
NIP 197211122000032001

Anggota II,

Anggota III,

Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si.
NIP 197107031997021001

Yudi Aris Sulistiyo, S.Si., M.Si.
NIP 198809242014041001

Mengesahkan

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Jember,

Drs. Achmad Sjaifullah, M.Sc., Ph.D
NIP 195910091986021001

RINGKASAN

Sintesis Kalsium Aluminat (CaAl_2O_4) dengan Variasi Suhu dan Waktu Menggunakan Metode Hidrotermal sebagai Katalis Biodiesel; Hanifa Hanun, 141810301024; 2019:37 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Sumber energi yang sering digunakan salah satunya adalah minyak bumi. Ketergantungan terhadap bahan bakar minyak bumi dapat dikurangi dengan cara memanfaatkan bahan bakar biodiesel. Biodiesel dapat dihasilkan melalui proses esterifikasi ataupun transesterifikasi minyak nabati dengan alkohol menggunakan katalis. Reaksi transesterifikasi dalam produksi biodiesel berlangsung dengan bantuan katalis baik katalis homogen maupun heterogen. Katalis heterogen memiliki keunggulan dibandingkan dengan katalis homogen, diantaranya tidak korosif, mudah dilakukan pemisahan dari produk cairnya, serta aktivitas dan selektifitasnya tinggi. Salah satu katalis heterogen yaitu alumina (Al_2O_3) dimodifikasi dengan menggunakan kalsium oksida (CaO) dapat membentuk kalsium aluminat (CaAl_2O_4). Metode yang digunakan dalam sintesis katalis kalsium aluminat (CaAl_2O_4) diantaranya *Microwave Combustion Method* (MCM), *solid-state*, sol-gel dan hidrotermal. Kelemahan dari ketiga metode tersebut membutuhkan suhu yang tinggi dan proses yang lama dalam sintesisnya. Metode lain dikembangkan untuk mengatasi masalah tersebut, salah satunya dengan menggunakan metode hidrotermal. Katalis heterogen juga telah banyak dikembangkan dalam proses produksi biodiesel.

Preparasi katalis dilakukan menggunakan metode hidrotermal dengan variasi suhu hidrotermal 150°C , 175°C dan 200°C . Sampel dikalsinasi pada suhu 700°C selama 5 jam dan selanjutnya didinginkan pada suhu ruang sehingga diperoleh katalis kalsium aluminat. Katalis kalsium aluminat dengan suhu optimum dapat dilihat dari hasil karakterisasi menggunakan XRD. Kalsium aluminat dilakukan sintesis kembali dengan perlakuan yang sama pada suhu optimum dan variasi waktu hidrotermal yang digunakan yaitu 10 jam, 15 jam dan

20 jam. Aktivitas katalis terhadap biodiesel diukur berdasarkan hasil reaksi transesterifikasi minyak sawit dengan metanol perbandingan mol 1:12. Konversi minyak sawit menjadi biodiesel ditentukan menggunakan kromatografi gas-spektrometri massa (GC-MS).

Berdasarkan hasil karakterisasi XRD dapat diketahui bahwa hasil sintesis pada variasi suhu dan waktu yang diperoleh pada penelitian ini dalam bentuk beberapa fasa diantaranya CaAl_2O_4 ; $\text{Ca}_3\text{Al}_2(\text{OH})_{12}$; $\text{AlO}(\text{OH})$; $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ dan $12\text{CaO} \cdot 7\text{Al}_2\text{O}_3$. Hasil penelitian pada variasi suhu diketahui % fasa kalsium aluminat (CaAl_2O_4) pada suhu hidrotermal 150°C lebih besar daripada suhu 175°C , sedangkan pada suhu 200°C mengalami peningkatan % fasa dari kalsium aluminat (CaAl_2O_4). Hasil penelitian pada variasi waktu menunjukkan % fasa kalsium aluminat (CaAl_2O_4) pada waktu hidrotermal 20 jam lebih kecil daripada waktu 15 jam. Hal tersebut menunjukkan bahwa suhu dan waktu berpengaruh terhadap stabilitas fasa pada sintesis hidrotermal. Katalis hasil sintesis hidrotermal dengan suhu dan waktu optimum diaplikasikan dalam proses transesterifikasi biodiesel untuk mengetahui aktivitas dari katalis. Berdasarkan hasil analisis GC-MS menunjukkan bahwa terdapat sepuluh puncak dengan tiga senyawa dominan penyusun metil ester yaitu metil palmitat, metil oleat dan metil stearat. Keberhasilan transesterifikasi minyak sawit menjadi metil ester (biodiesel) pada penelitian ini menghasilkan % konversi sebesar 46,39%.

Berdasarkan penelitian yang dilakukan, diperoleh kesimpulan bahwa pengaruh suhu hidrotermal terhadap fasa CaAl_2O_4 pada penelitian ini bersifat fluktuatif dimana pada suhu 175°C mengalami penurunan % fasa dan meningkat lagi pada suhu 200°C . Pengaruh waktu hidrotermal terhadap fasa CaAl_2O_4 pada penelitian ini bersifat fluktuatif, dimana pada waktu hidrotermal 15 jam mengalami peningkatan % fasa dan mengalami penurunan % fasa pada waktu hidrotermal 20 jam. Aktivitas katalis CaAl_2O_4 terhadap hasil reaksi transesterifikasi menghasilkan konversi metil ester sebesar 46,39%.

PRAKATA

Puji syukur kehadiran Allah SWT atas segala rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulisan skripsi yang berjudul “Sintesis Kalsium Aluminat (CaAl_2O_4) dengan Variasi Suhu dan Waktu Menggunakan Metode Hidrotermal sebagai Katalis Biodiesel” dapat terselesaikan dengan baik. Skripsi ini disusun guna memenuhi salah satu syarat menyelesaikan pendidikan program sarjana strata satu (S1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Penyusunan skripsi ini banyak mendapatkan bantuan, bimbingan, saran serta petunjuk dari berbagai pihak, sehingga penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Suwardiyanto, S.Si., M.Si., Ph.D., selaku Dosen Pembimbing Utama dan Novita Andarini, S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing Anggota yang telah meluangkan waktu, tenaga dan pikiran untuk memberikan bimbingan serta saran dengan penuh kesabaran dalam penyusunan skripsi ini;
2. Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si., selaku Dosen Penguji I dan Yudi Aris Sulistiyo, S.Si., M.Si., selaku Dosen Penguji II yang telah meluangkan waktunya untuk memberikan kritik dan saran yang sangat berarti demi kesempurnaan skripsi ini;
3. Dr. Donatus Setyawan Purwo Handoko, S.Si., M.Si dan Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah membimbing penulis selama menjadi mahasiswa;
4. Sahabatku, Anisa Kholifatul L, Siti Zulaicha, Aries Syafitri P, Wasi' Putri M, Ike Nikma S, Vinda Ayu A, Abdurrahman Agung L dan Alfian Noor S.P yang selalu memberikan kasih sayang, motivasi dan dukungannya serta menemani perjuangan selama penyusunan skripsi ini;
5. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu per satu

Segala bentuk kritik dan saran yang bersifat membangun diharapkan dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini dan semoga skripsi ini dapat

bermanfaat terhadap perkembangan ilmu pengetahuan, khususnya di bidang kimia.

Jember, 14 Januari 2020

Penulis



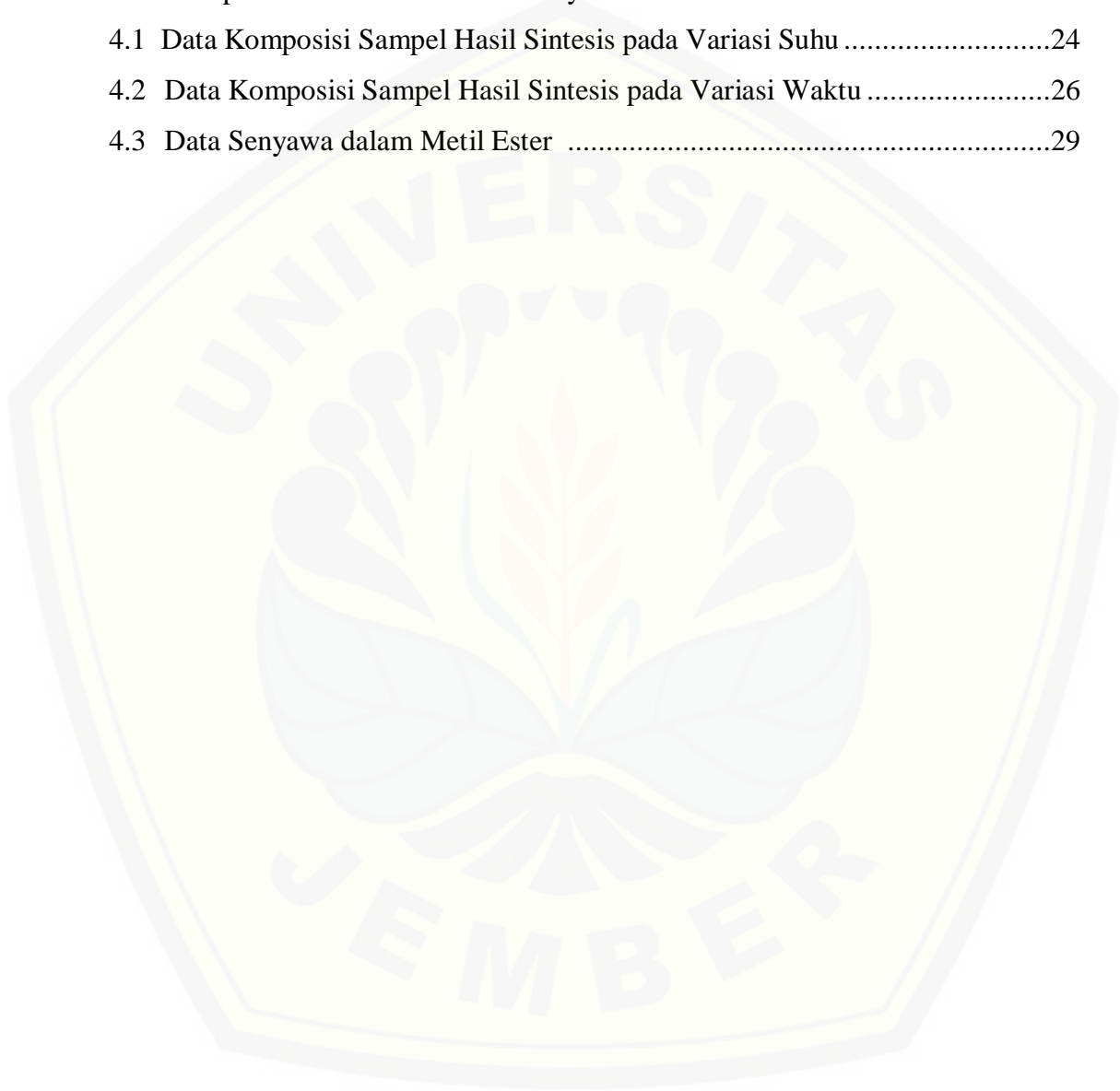
DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN MOTTO	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PEMBIMBINGAN	v
HALAMAN PENGESAHAN	vi
RINGKASAN	vii
HALAMAN PRAKATA	ix
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Batasan Masalah	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Biodiesel	5
2.2 Minyak Kelapa Sawit	5
2.3 Transesterifikasi	6
2.4 Katalis	10
2.4.1 Penggolongan Katalis	10
2.4.2 Katalis Heterogen dalam Produksi Biodiesel	12
2.4.3 Kalsium Aluminat	13

2.4.4 Metode Hidrotermal	13
2.5 Karakterisasi	15
2.5.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	15
2.5.1 Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (GC-MS)	17
BAB 3. METODE PENELITIAN	19
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	19
3.2 Alat dan Bahan	19
3.2.1 Alat	19
3.2.2 Bahan	19
3.3 Diagram Alir Penelitian	20
3.4 Prosedur Penelitian	20
3.4.1 Preparasi Katalis	20
3.4.2 Karakterisasi Difraksi Sinar-X	21
3.4.3 Reaksi Transesterifikasi	21
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	23
4.1 Pengaruh Variasi Suhu Terhadap Pembentukan Fasa Kristal pada Proses Sintesis CaAl_2O_4 Secara Hidrotermal	23
4.2 Pengaruh Variasi Waktu Terhadap Pembentukan Fasa Kristal pada Proses Sintesis CaAl_2O_4 Secara Hidrotermal	25
4.3 Aktivitas CaAl_2O_4 Hasil Sintesis Sebagai Katalis Biodiesel	27
BAB 5. PENUTUP	31
5.1 Kesimpulan	31
5.2 Saran	31
DAFTAR PUSTAKA	32
LAMPIRAN	38

DAFTAR TABEL

	Halaman
2.1 Komponen dari Minyak Sawit	6
2.2 Komposisi Asam Lemak dari Minyak Sawit	6
4.1 Data Komposisi Sampel Hasil Sintesis pada Variasi Suhu	24
4.2 Data Komposisi Sampel Hasil Sintesis pada Variasi Waktu	26
4.3 Data Senyawa dalam Metil Ester	29



DAFTAR GAMBAR

2.1 Reaksi Transesterifikasi	7
2.2 Struktur Kristal Kalsium Aluminat	13
2.3 Difraktogram dari $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$	17
4.1 Hasil Karakterisasi XRD dengan Variasi Suhu	23
4.2 Hasil Karakterisasi XRD dengan Variasi Waktu	25
4.3 Diagram Kuarsa Komposisi Gel dari $\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot n\text{SiO}_2$	27
4.4 Pola Difraktogram Metil Ester	29

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
1.1 Massa $\text{Ca}(\text{OH})_2$	38
1.2 Massa $\text{Al}(\text{OH})_3$	38
2.1 Variasi Suhu 150°C	38
2.2 Variasi Suhu 175°C	39
2.3 Variasi Suhu 200°C	40
2.4 Komposisi Sampel Hasil Sintesis Variasi Suhu	41
3.1 Variasi Waktu 15 Jam	42
3.2 Variasi Waktu 20 Jam	42
3.3 Komposisi Sampel Hasil Sintesis Variasi Waktu.....	44
4.1 Kromatogram Hasil Analisa GC-MS	44
5.1 Perhitungan Berat Molekul Triglicerida	45
5.2 Perhitungan Massa Minyak, Metanol dan Katalis	46
5.3 Berat Metil Ester (ME) Hasil Percobaan	47
5.4 Konversi Metil Ester	47

BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kebutuhan energi semakin meningkat seiring dengan meningkatnya populasi manusia, aktivitas industri, dan kemajuan teknologi transportasi. Sumber energi yang sering digunakan salah satunya adalah minyak bumi. Cadangan bahan bakar minyak di Indonesia semakin hari semakin menipis dan diperkirakan akan habis dalam kurun waktu 10-15 tahun lagi. Kelangkaan pasokan energi sering terjadi di sebagian besar wilayah Indonesia yang meliputi pasokan BBM, gas, batubara dan energi listrik (Yunizurwan, 2007). Total konsumsi energi Indonesia pada tahun 2013 sebesar 0,8 TOE/kapital, dengan bauran energi nasional 46% untuk minyak bumi, 31% untuk batu bara, 18% untuk gas bumi, dan 5% untuk energi baru terbarukan (KESDM, 2015). Oleh karena itu, perlu adanya suatu bahan bakar alternatif untuk mencegah maupun mengatasi hal tersebut. Ketergantungan terhadap bahan bakar minyak bumi dapat dikurangi dengan cara memanfaatkan bahan bakar biodiesel. Biodiesel merupakan monoalkil ester dari asam lemak rantai panjang yang telah banyak dikembangkan menjadi suatu bahan bakar alternatif, baik dalam lingkup sederhana maupun luas (Arifin *et al.*, 2016).

Biodiesel dapat dihasilkan melalui proses esterifikasi ataupun transesterifikasi minyak nabati dengan alkohol menggunakan katalis asam atau basa. Minyak nabati yang mengandung asam lemak bebas tinggi (>2%) harus melalui proses esterifikasi terlebih dahulu untuk menurunkan kadar asam lemak bebas. Minyak nabati yang memiliki kandungan asam lemak bebas <2% dapat secara langsung melalui proses transesterifikasi (Ramadhas *et al.*, 2005). Minyak sawit yang siap untuk dikonsumsi memiliki kandungan asam lemak bebas <0,05% sehingga dapat secara langsung melalui proses transesterifikasi (Packer dan Cadenas, 2002).

Reaksi transesterifikasi dalam produksi biodiesel berlangsung dengan bantuan katalis baik katalis homogen maupun heterogen. Katalis homogen dalam produksi biodiesel berlangsung secara cepat, namun memiliki keterbatasan pada penggunaannya karena diperlukan biaya tinggi untuk langkah tambahan dalam

menghilangkan kotoran katalis dari produk. Hal ini dapat ditangani dengan menggunakan katalis heterogen dalam proses transesterifikasi pada pembuatan biodiesel. Katalis heterogen memiliki keunggulan dibandingkan dengan katalis homogen, diantaranya tidak korosif, mudah dilakukan pemisahan dari produk cairnya, serta aktivitas dan selektifitasnya tinggi (Tapanes *et al.*, 2008).

Salah satu katalis heterogen yaitu alumina (Al_2O_3). Alumina memiliki sifat sebagai insulator panas dan listrik yang baik serta tahan terhadap suhu tinggi, sehingga sering dipakai sebagai katalis atau padatan pendukung katalis. Alumina saat ini telah banyak digunakan dan dikembangkan untuk proses transesterifikasi minyak nabati (Noiroj *et al.*, 2009). Alumina (Al_2O_3) dimodifikasi dengan menggunakan kalsium oksida (CaO) dapat membentuk kalsium aluminat (CaAl_2O_4) (Nayebzadeh *et al.*, 2016).

Metode yang digunakan dalam sintesis katalis kalsium aluminat (CaAl_2O_4) diantaranya *Microwave Combustion Method* (MCM), *solid-state*, sol-gel dan hidrotermal. Penelitian sebelumnya dari Nayebzadeh *et al.*, (2016), melakukan proses sintesis katalis heterogen $\text{CaO}.\text{Al}_2\text{O}_3$ menggunakan *Microwave Combustion Method* (MCM) untuk produksi biodiesel. *Monocalcium aluminate* berhasil disintesis dengan MCM pada suhu kalsinasi 700°C , tetapi menunjukkan sifat yang kurang basa dan reaktif dalam produksi biodiesel sehingga dimodifikasi dengan KOH untuk meningkatkan sifat tersebut. Luas permukaan *monocalcium aluminate* meningkat dari 38,9 menjadi 48,1 m^2/g setelah diimpregnasi dengan KOH. Rivas *et al.*, (2005) berhasil melakukan sintesis CaAl_2O_4 menggunakan metode *solid-state* pada suhu 1300°C yang diikuti dengan proses *ball-milling* selama 36 jam untuk mencapai luas permukaan 17,3 m^2/g . Penelitian lain dari Selyunina *et al.*, (2016) juga melakukan sintesis CaAl_2O_4 menggunakan metode sol-gel pada suhu kalsinasi 1000°C dan menghasilkan kristal CaAl_2O_4 berfasa rombhik. Kelemahan dari ketiga metode tersebut membutuhkan suhu yang tinggi dan proses yang lama dalam sintesisnya.

Metode lain dikembangkan untuk mengatasi masalah tersebut, salah satunya dengan menggunakan metode hidrotermal, yang memiliki beberapa keuntungan seperti homogenitas, kemurnian, suhu sintesis yang lebih rendah dan

menghasilkan material berukuran nanopartikel (Zhang, 2003). Penelitian sebelumnya dari Imtiaz *et al.*, (2013) telah melakukan sintesis CaO menggunakan metode hidrotermal pada suhu 140–250°C selama 4 jam dan menghasilkan ukuran kristal 3,15 nm. Dahlan *et al.*, (2012) telah berhasil melakukan sintesis γ -alumina menggunakan metode hidrotermal pada suhu 125°C. Kristal γ -alumina yang dihasilkan berukuran 9,8–11 nm. Khan *et al.*, (2016) telah berhasil melakukan sintesis kalsium aluminat dengan prekursor $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dan $\text{Al}(\text{OH})_3$ menggunakan metode hidrotermal pada suhu 150°C selama 10 jam dan suhu kalsinasi yang optimum yaitu 700°C selama 5 jam. Kalsium aluminat yang diperoleh masih dalam bentuk dua fasa dengan ukuran kristal 7 ± 2 nm dan luas permukaan 19-24 m^2/g .

Katalis heterogen telah banyak dikembangkan dalam proses produksi biodiesel, salah satunya KOH/*Calcium aluminate* dengan *yield* sebesar 85,9% (Nayebzadeh *et al.*, 2016). Katalis tersebut digunakan dalam transesterifikasi biodiesel menggunakan perbandingan minyak : metanol sebesar 1:12. Berdasarkan uraian di atas, perlu dilakukan penelitian sintesis dan karakterisasi kalsium aluminat (CaAl_2O_4) menggunakan metode hidrotermal dengan prekursor $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dan $\text{Al}(\text{OH})_3$. Variasi suhu hidrotermal yang digunakan 150°C, 175°C dan 200°C serta waktu hidrotermal 10, 15 dan 20 jam. Kalsium aluminat selanjutnya dikarakterisasi dengan X-ray diffraction (XRD) dan digunakan dalam proses transesterifikasi untuk produksi biodiesel.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka yang menjadi rumusan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pengaruh variasi suhu terhadap pembentukan fasa kristal pada proses sintesis CaAl_2O_4 secara hidrotermal ?
2. Bagaimana pengaruh variasi waktu terhadap pembentukan fasa kristal pada proses sintesis CaAl_2O_4 secara hidrotermal ?
3. Bagaimana aktivitas CaAl_2O_4 hasil sintesis sebagai katalis biodiesel ?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini yaitu sebagai berikut :

1. Mempelajari pengaruh variasi suhu terhadap pembentukan fasa kristal pada proses sintesis CaAl_2O_4 secara hidrotermal.
2. Mempelajari pengaruh variasi waktu terhadap pembentukan fasa kristal pada proses sintesis CaAl_2O_4 secara hidrotermal.
3. Mempelajari aktivitas CaAl_2O_4 hasil sintesis sebagai katalis biodiesel.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini yaitu sebagai berikut :

1. Minyak yang digunakan dalam produksi biodiesel adalah minyak goreng sawit.
2. Parameter keberhasilan sintesis dilihat dari hasil difraksi sinar-X.
3. Parameter dari aktivitas katalis yaitu (%) konversi.
4. % konversi adalah perbandingan antara massa metil ester yang diperoleh dengan massa trigliserida secara teoritis.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan memberi manfaat sebagai berikut :

1. Memberikan informasi tentang penggunaan CaAl_2O_4 sebagai katalis biodiesel.
2. Memberikan informasi tentang kondisi optimum suhu dan waktu sintesis CaAl_2O_4 dengan metode hidrotermal.
3. Memanfaatkan minyak goreng sebagai bahan dasar pembuatan biodiesel.

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Biodiesel

Biodiesel adalah bahan bakar alternatif yang terbuat dari sumber daya hayati terbarukan seperti minyak nabati atau lemak hewani. Minyak nabati juga memiliki potensi sebagai alternatif bahan bakar minyak yang berbasis petroleum (petrodiesel) (Manai, 2010). Biodiesel terdiri atas asam-asam lemak metil ester yang dapat diperoleh melalui proses transesterifikasi dari trigliserida dalam minyak nabati dengan alkohol menggunakan katalis asam atau basa. Biodiesel yang diperoleh dari proses ini memiliki karakteristik utama yang sama dengan bahan bakar diesel konvensional (Meher *et al.*, 2006). Biodiesel memiliki keunggulan sebagai bahan bakar minyak alternatif untuk menutupi kekurangan kebutuhan bahan bakar fosil yang semakin meningkat namun ketersediaannya semakin berkurang. Biodiesel dianggap tidak memberikan dampak pemanasan global sebanyak bahan bakar fosil dan dapat digunakan tanpa modifikasi ulang mesin diesel. Mesin diesel yang beroperasi dengan menggunakan biodiesel menghasilkan emisi karbon monoksida, hidrokarbon yang tidak terbakar, partikulat, dan udara beracun yang lebih rendah dibandingkan dengan mesin diesel yang menggunakan bahan bakar petroleum (Gerpen *et al.*, 2004). Keunggulan lain dari biodiesel diantaranya:

1. Biodiesel dapat berasal sumber domestik dan sumber yang dapat diperbaharui,
2. Biodiesel lebih efisien, dimana efisiensi energi bahan bakar total dari biodiesel yaitu 320 %, sedangkan petroleum diesel sebesar 80 %,
3. Biodiesel merupakan pelarut yang baik dan dapat membersihkan pipa bahan bakar dan sedimen dalam tangki

(Conley, 2012).

2.2 Minyak Kelapa Sawit

Minyak kelapa sawit adalah satu minyak nabati yang dapat digunakan sebagai bahan dasar biodiesel. Sumber minyak dari kelapa sawit ada dua, yaitu

daging buah dan inti buah dari kelapa sawit. Minyak yang diperoleh dari daging buah disebut minyak kelapa sawit kasar (CPO), sedangkan minyak yang diperoleh dari biji buah disebut minyak inti sawit (PKO) (Rondang, 2006). Minyak sawit mempunyai ciri-ciri fisik agak kental dan berwarna kuning jingga kemerah-merahan (Liang, 2009). Beberapa komponen dari minyak sawit dapat dilihat pada tabel dibawah ini.

Tabel 2.1 Komponen dari minyak sawit

Komponen	Konsentrasi (ppm)
Karoten	500 – 700
Tokofenol	400 – 600
Sterol	Mendekati 300
Phospatida	500
Besi (Fe)	10
Tembaga (Cu)	0,5
Air	0,07 – 0,18
Kotoran-kotoran	0,01

Sumber: Ketaren, 2005.

Tabel 2.2 Komposisi asam lemak dari minyak sawit

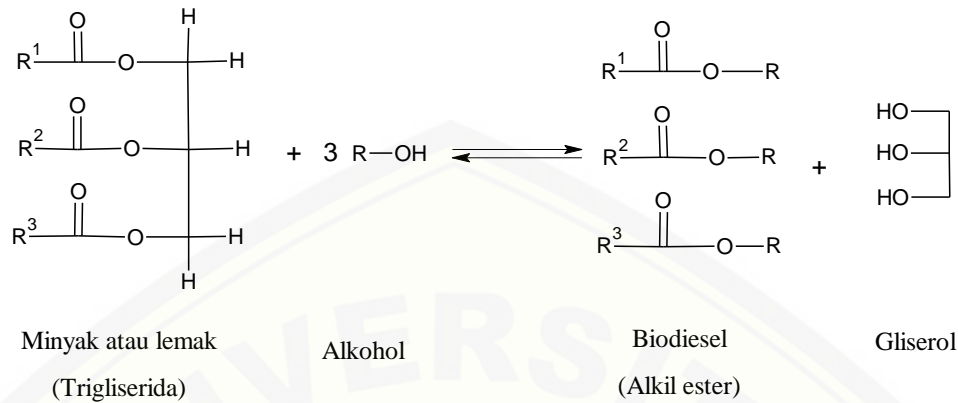
Asam lemak	Jumlah (%)
Asam miristat (C14:0)	1,1
Asam palmitat (C16:0)	44,0
Asam stearat (C18:0)	4,5
Asam oleat (C18:1)	39,2
Asam linoleat (C18:2)	10,1
Asam laurat (C12:0)	0,2
Lainnya	0,9

Sumber: Pahan, 2008.

2.3 Transesterifikasi

Reaksi transesterifikasi disebut juga dengan reaksi alkoholisis yang merupakan reaksi antara trigliserida dengan alkohol membentuk ester dan gliserol sebagai produk samping. Transesterifikasi menggunakan katalis dalam reaksinya. Tanpa adanya katalis, konversi yang dihasilkan maksimum namun reaksi berjalan dengan lambat. Produk yang diinginkan dari reaksi transesterifikasi adalah metil

ester (Hamilton, 2004). Reaksi transesterifikasi trigliserida dengan metanol untuk menghasilkan metil ester dapat dilihat pada Gambar 2.1 dibawah ini.



Gambar 2.1 Reaksi transesterifikasi (Hart, 1990).

Reaksi antara minyak atau lemak dengan alkohol merupakan reaksi yang bersifat bolak-balik (kesetimbangan). Oleh sebab itu alkohol harus ditambahkan berlebih untuk membuat reaksi berjalan kearah kanan (Syah dan Andi, 2006). Hal ini berdasarkan azas Le-Chatelier yang menyatakan bahwa: “Setiap perubahan pada salah satu variabel sistem keseimbangan akan menggeser posisi keseimbangan kearah tertentu yang akan menetralkan atau meniadakan pengaruh variabel yang berubah tadi” (Bird, 1993).

Transesterifikasi biodiesel dipengaruhi oleh berbagai faktor diantaranya:

1. Homogenisasi reaksi

Homogenisasi campuran dalam reaksi mempengaruhi efektifitas reaksi karena tumbukan akan terjadi yang pada akhirnya akan mempengaruhi laju reaksi, konstanta reaksi, energi aktivasi dan lama reaksi. Transesterifikasi tidak akan berlangsung baik bila campuran bahan tidak dihomogenisasi terutama selama tahap awal proses.

2. Rasio molar

Rasio molar alkohol terhadap trigliserida adalah salah satu faktor penting yang mempengaruhi *yield* biodiesel. Secara stokiometri 3 mol alkohol dan 1 mol trigliserida akan menghasilkan *yield* 3 mol *Fatty Acid Methyl Ester* (FAME) dan 1 mol gliserol. Agar reaksi berlangsung ke kanan maka perlu digunakan alkohol

berlebih atau menghilangkan salah satu produk dari campuran reaksi. Laju reaksi paling tinggi terjadi ketika metanol digunakan kemurniannya mencapai 100 %.

3. Jenis Alkohol

Metanol merupakan jenis alkohol yang banyak digunakan untuk proses transesterifikasi karena selain harganya yang murah, metanol secara fisik dan kimiawi lebih menguntungkan yaitu bersifat polar dan memiliki rantai alkohol yang paling pendek. Metanol dapat menghasilkan ester lebih banyak dari pada etanol dan butanol. Metanol menghasilkan *yield* yang lebih besar dibandingkan bila menggunakan etanol, dimana *yield* biodiesel akan meningkat dengan menaikkan molar rasio metanol.

4. Suhu

Suhu reaksi yang lebih tinggi akan meningkatkan laju reaksi dan mempersingkat waktu reaksi. Kenaikan suhu reaksi apabila di luar level optimal akan menyebabkan penurunan *yield* biodiesel karena menyebabkan metanol menguap. Suhu reaksi transesterifikasi biasanya 50 - 60 °C tergantung jenis minyak yang digunakan. Suhu reaksi mendekati titik didih alkohol supaya konversi lebih cepat terjadi. Reaksi apabila dilakukan pada suhu ruangan maka akan memerlukan waktu reaksi yang lebih lama.

5. Kandungan air

Keberadaan air yang berlebihan dapat menyebabkan sebagian reaksi dapat berubah menjadi reaksi sabun atau saponifikasi yang akan menghasilkan sabun, sehingga meningkatkan viskositas, terbentuknya gel dan dapat menyulitkan pemisahan antara gliserol dan biodiesel.

6. Katalis

Proses produksi akan berlangsung sangat lambat dan membutuhkan suhu dan tekanan yang tinggi tanpa menggunakan katalis. Minyak yang mempunyai nilai FFA < 0,5 % maka bisa langsung diproses dengan transesterifikasi dengan katalis basa, bila kandungan FFA > 5 % maka proses harus dilakukan dengan esterifikasi-transesterifikasi.

(Khan, 2002).

Kualitas biodiesel dipengaruhi oleh kualitas minyak (*feedstock*), komposisi asam lemak dari minyak, proses produksi dan bahan lain yang digunakan dalam proses dan parameter pasca-produksi seperti kontaminan. Kontaminan tersebut diantaranya adalah bahan tak tersabunkan, air, gliserin terikat, alkohol, asam lemak bebas, sabun, residu katalis (Gerpen *et al.*, 2004). Proses transesterifikasi pada dasarnya terdiri atas 5 tahapan, diantaranya:

1. Pencampuran katalis dengan alkohol. Konsentrasi katalis yang digunakan bervariasi antara 0.5 - 1 wt % terhadap massa minyak. Perbandingan alkohol pada rasio molar terhadap minyak sebesar 9:1.
2. Pencampuran alkohol dan katalis dengan minyak dilakukan dalam wadah yang dijaga pada suhu tertentu (sekitar 40 – 60 °C) dan dilengkapi dengan pengaduk (baik magnetik ataupun motor elektrik) dengan kecepatan konstan (umumnya pada 600 rpm putaran per-menit). Keberadaan pengaduk sangat penting untuk memastikan terjadinya reaksi metanolisis secara menyeluruh di dalam campuran. Reaksi metanolisis ini dilakukan sekitar 1 – 2 jam.
3. Setelah reaksi metanolisis berhenti, campuran didiamkan dan perbedaan densitas senyawa di dalam campuran akan mengakibatkan separasi antara metil ester dan gliserol.
4. Metil ester tersebut kemudian dibersihkan menggunakan air distilat untuk memisahkan zat-zat pengotor seperti metanol, sisa katalis alkalin, gliserol dan sabun-sabun (*soaps*). Lebih tingginya densitas air dibandingkan dengan metil ester menyebabkan prinsip separasi gravitasi berlaku, dimana air berposisi di bagian bawah sedangkan metil ester di bagian atas.
5. Metil ester (biodiesel) sudah dapat diperoleh setelah 30 menit dari awal proses dan dapat dipisahkan dari gliserol yang terbentuk setelah didiamkan selama 24 jam. Biasanya gliserol akan mengendap dibagian bawah berbentuk pasta putih. Bagian atas dari larutan ini diambil lalu dibilas dengan air. Biodiesel siap digunakan

(Sudradjat, 2006).

2.4 Katalis

Katalis adalah zat yang dapat meningkatkan laju reaksi dengan kondisi kimiawi tetap pada akhir proses. Katalis tidak memulai terjadinya reaksi dan tidak akan mengganggu kesetimbangan tetapi mempercepat tercapainya kesetimbangan (Triyono, 2002). Katalis menurunkan energi aktivasi reaksi sehingga dapat mempercepat reaksi. Penurunan aktivasi ini menyebabkan energi minimum yang dibutuhkan untuk terjadinya tumbukan berkurang sehingga reaksi terjadi lebih cepat (Gates, 1992). Katalis pada umumnya mempunyai sifat-sifat diantaranya aktivitas, stabilitas, selektivitas, umur, regenerasi dan kekuatan mekanik. Secara umum katalis mempunyai 2 fungsi yaitu mempercepat reaksi menuju kesetimbangan atau fungsi aktivitas dan meningkatkan hasil reaksi yang dikehendaki atau fungsi selektivitas (Nasikin *et al.*, 2010).

Katalis sebagai suatu substansi kimia mampu mempercepat laju reaksi kimia yang secara termodinamika dapat berlangsung. Hal ini disebabkan karena kemampuannya mengadakan interaksi dengan paling sedikit satu molekul reaktan untuk menghasilkan senyawa antara yang lebih aktif. Interaksi ini akan dapat meningkatkan ketepatan orientasi tumbukan, meningkatkan konsentrasi akibat lokalisasi reaktan, sehingga meningkatkan jumlah tumbukan dan membuka alur reaksi dengan energi pengaktifan yang lebih rendah (Gates, 1992).

Katalis dapat dibagi ke dalam 3 komponen yakni situs aktif, penyangga atau pengemban dan promotor. Situs aktif berperan dalam reaksi kimia yang diharapkan. Penyangga atau pengemban berperan dalam memodifikasi komponen aktif, menyediakan permukaan yang luas, dan meningkatkan stabilitas katalis. Promotor berperan dalam meningkatkan atau membatasi aktivitas katalis serta berperan dalam struktur katalis (Istadi, 2011).

2.4.1 Penggolongan katalis

Katalis dapat dibagi menjadi dua golongan utama yaitu katalis homogen dan heterogen.

a. Katalis homogen

Katalis homogen berada dalam fase yang sama dengan reaktan, biasanya reaktan dan katalis berada dalam satu fasa tunggal cair atau gas (Busca, 2014). Katalis homogen terdiri atas dua jenis yaitu katalis asam homogen dan katalis basa homogen. Katalis yang umum digunakan dalam reaksi transesterifikasi yaitu kalium hidroksida (KOH) dan natrium hidroksida (NaOH). Penggunaan katalis ini menimbulkan masalah pada proses pemisahan produk reaksi sehingga menghasilkan limbah pencucian dalam jumlah yang besar. Katalis basa bekerja dengan baik pada batas asam lemak bebas (FFA) < 0,5 %. Bahan baku yang mengandung asam lemak bebas yang tinggi, maka akan terjadi reaksi antara katalis dengan asam lemak bebas membentuk sabun (Shu, 2010). Katalis asam homogen yang digunakan dalam reaksi transesterifikasi contohnya asam sulfat (H₂SO₄), asam klorida (HCl) dan asam fosfat (H₃PO₄). Penggunaan katalis ini memerlukan waktu reaksi yang lama, menyebabkan korosi pada reaktor yang digunakan, rasio molar alkohol dengan minyak harus besar (Helwani *et al.*, 2009). Keuntungan dari katalis homogen adalah kespesifikannya dan tidak dibutuhkan suhu dan tekanan yang tinggi dalam reaksi. Kelemahan dari katalis homogen adalah sulitnya katalis ini untuk dipisahkan dari produknya (Nasikin *et al.*, 2010).

b. Katalis heterogen

Katalis heterogen memiliki fase yang berbeda dengan reaktan yang biasanya dalam fase padat untuk katalis dan fase cair atau gas untuk reaktan. Katalis heterogen ini biasanya mengandung sedikitnya satu reaktan teradsorpsi yang termodifikasi sedemikian, sehingga menjadi suatu bentuk katalis yang siap bereaksi (Joechim, 1998). Katalis heterogen terdiri atas dua jenis yaitu katalis heterogen yang bersifat asam dan basa. Katalis basa heterogen yang paling umum digunakan adalah senyawa oksida logam seperti logam alkali, alkali tanah sebagai katalis transesterifikasi minyak nabati. Oksida logam alkali tanah (MgO, CaO, SrO, dan BaO) dikenal sebagai oksida logam tunggal (*single metal oxides*) (Endalew *et al.*, 2011).

Katalis heterogen cenderung lebih mudah untuk dipisahkan dan digunakan kembali dari campuran reaksi karena fasa yang digunakan berbeda dengan produk

reaksinya. Katalis heterogen juga lebih mudah dibuat dan mudah diletakkan pada reaktor karena fasa yang berbeda dengan reaktannya (Istadi, 2011). Perbedaan fasa pada katalis dan reaktan menjadikan mekanisme reaksi menjadi sangat kompleks. Fenomena antarmuka menjadi sesuatu yang sangat penting dan berperan. Laju reaksi dikendalikan oleh fenomena-fenomena adsorpsi, absorpsi dan desorpsi (Busca, 2014). Keuntungan lain dari katalis heterogen yaitu lebih tahan terhadap asam lemak bebas yang terkandung di dalam bahan baku tanpa melalui reaksi saponifikasi. Hal ini memungkinkan untuk melakukan reaksi esterifikasi dan transesterifikasi sekaligus dengan bahan baku yang mengandung kadar asam lemak bebas yang tinggi, baik bahan baku yang berasal dari hewan maupun yang berasal dari tumbuhan (Drelinkiewicz, 2014). Keuntungan lain dari katalis heterogen adalah tidak korosif, ramah terhadap lingkungan, memiliki waktu paruh yang panjang, dan dapat memberikan aktivitas dan selektivitas yang tinggi (Liu, *et al.*, 2008).

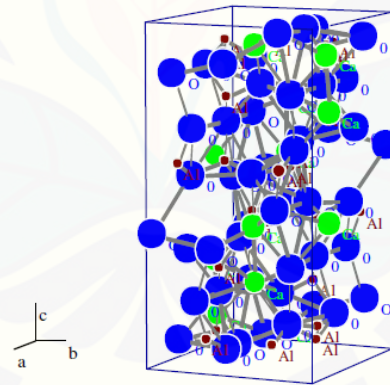
2.4.2 Katalis heterogen dalam produksi biodiesel

Katalis heterogen telah banyak digunakan untuk mengkatalisis reaksi transesterifikasi. Asam polianilin sulfonat sebagai katalis asam heterogen yang digunakan pada proses transesterifikasi dan esterifikasi menghasilkan biodiesel dengan kereaktifan dan kestabilan katalis yang tinggi (Drelinkiewicz, 2014). Menurut Helwani *et al.*, (2009) katalis basa heterogen lebih efektif daripada katalis asam. Hal ini disebabkan laju reaksi pembuatan biodiesel dengan katalis basa heterogen lebih cepat daripada katalis asam (Lam *et al.*, 2010). Katalis padat yang telah dikembangkan dan digunakan dalam proses transesterifikasi minyak nabati yaitu logam alkali atau logam alkali tanah yang diimpregnasi dalam alumina (Al_2O_3) (Noiroj *et al.*, 2009) dan K_2CO_3 yang diimpregnasi dalam alumina(Al_2O_3)/silika (Lukic *et al.*, 2009). Beberapa katalis heterogen lain digunakan dalam produksi biodiesel antara lain K_3PO_4 dengan hasil 97,30% (Guan *et al.*, 2009), KF/Ca-Al hidrotalsit dengan hasil 97,14% (Gao *et al.*, 2010),

CaO-ZnO dengan hasil 96,00% (Ngamcharussrivichai *et al.*, 2008), Mg/MCM-41 dengan konversi 85,00% (Georgogianni *et al.*, 2009).

2.4.3 Kalsium aluminat

Kalsium aluminat adalah sebuah senyawa kimia dengan rumus kimia CaAl_2O_4 . Material ini biasa digunakan dalam bidang material keramik sebagai aplikasi refraktori suhu tinggi. Kalsium aluminat berbasis bahan dalam beberapa tahun terakhir telah ditemukan dalam aplikasi baru dibidang keramik maju sebagai keramik optik, katalis dukungan, dan keramik struktural (Rivas *et al.*, 2005). Struktur kristal kalsium aluminat (CaAl_2O_4) yang dianalisa menggunakan data kristal tunggal difraksi sinar-X, menunjukkan bahwa kalsium aluminat mempunyai struktur kristal monoklinik dengan grup ruang P21/n1, sel parameter kisinya adalah $a = 8,700 \text{ \AA}$, $b = 8,0920 \text{ \AA}$, $c = 15,1910 \text{ \AA}$ dan $\alpha = \gamma = 90^\circ$, $\beta = 90,2^\circ$ seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.2 (Kraus dan Nolze, 1999).



Gambar 2.2 Struktur Kristal kalsium aluminat (Kraus dan Nolze, 1999).

2.4.4 Metode hidrotermal

Hidrotermal berasal dari kata hidro yang artinya air dan termal yang berarti panas. Metode hidrotermal adalah proses pemanasan pelarut air. Teknik hidrotermal melibatkan pemanasan reaktan dalam wadah tertutup (*autoclave*) menggunakan air. Tekanan akan meningkat dan air tetap sebagai cairan ketika

berada dalam *autoclave* (Ningsih, 2016). Metode hidrotermal menggunakan air sebagai pelarut di atas titik didihnya dan harus dilakukan pada sistem yang tertutup untuk mencegah hilangnya pelarut saat dipanaskan. Pemanasan air apabila mencapai di atas titik didih normalnya yaitu 373 K, maka disebut “*super heated water*”. Kondisi saat tekanan meningkat di atas tekanan atmosfer dikenal sebagai kondisi hidrotermal (Ismagilov *et al.*, 2012).

Sintesis hidrotermal secara umum dapat didefinisikan sebagai metode sintesis kristal yang ditentukan oleh kelarutan mineral dalam air yang suhu dan tekanannya tinggi. Suhu maksimum pada alat hidrotermal yaitu 400 °C, sedangkan tekanan maksimumnya 400 bar. Proses pelarutan dan pertumbuhan kristal dilakukan dalam bejana tertentu (*autoclave*), yaitu berupa suatu wadah terbuat dari baja yang tahan pada suhu dan tekanan tinggi. Pertumbuhan kristal terjadi karena adanya gradien suhu yang diatur sedemikian rupa sehingga pada bagian yang lebih panas akan terjadi reaksi larutan, sedangkan pada bagian yang lebih dingin akan terjadi proses supersaturasi dan pengendapan kristal (Agustinus, 2009). Autoklaf umumnya berbentuk silinder berdinding tebal yang memiliki *hermetic seal* dengan tujuan tahan terhadap suhu tinggi serta tekanan dalam periode waktu tertentu. Autoklaf ini harus inert terhadap larutan untuk mencegah terjadinya reaksi antara dinding bagian dalam dengan zat yang dimasukkan. Hal ini perlu diperhatikan, karena dalam beberapa kasus zat yang dimasukkan bersifat korosi. Autoklaf umumnya diberi tambahan berupa *protective insert* untuk mencegah terjadinya korosi. *Insert* ini dapat terbuat dari tembaga, perak, emas, titanium, platina, kaca, kuarsa atau teflon, tergantung suhu yang akan digunakan (Yuwono *et al.*, 2004). Autoklaf digunakan dalam sintesis material dengan teknik hidrotermal, tekanan dipertahankan pada rentang 10–150 kilobar yang bergantung pada pemilihan suhu air (> 373 K) (Ningsih, 2016).

Metode hidrotermal digunakan untuk ekstraksi mineral, sintesis material geologi, pertumbuhan kristal, dan deposisi larutan film. Sintesis hidrotermal juga banyak diaplikasikan untuk pembuatan oksida yang dapat terjadi dengan dua tahap. Tahap pertama yaitu hidrolisis dari larutan garam menghasilkan logam

hidroksida, sedangkan tahap kedua hidroksida akan terhidrasi menghasilkan oksida logam yang diinginkan (Ningsih, 2016).

Penggunaan air dalam sintesis hidrotermal sangat efektif untuk mendapatkan oksida logam yang berbentuk *powder* atau bubuk yang baik. Hal ini dikarenakan air merupakan pelarut yang cocok melarutkan untuk senyawa ionik pada tekanan dan suhu yang tinggi. Air pada kondisi hidrotermal berperan sebagai medium transmisi tekanan dan sebagai pelarut untuk prekursor. Bubuk yang dihasilkan bisa memiliki bentuk amorf atau kristal (Ningsih, 2016).

Metode hidrotermal mempunyai beberapa kelebihan, diantaranya :

1. Suhu relatif rendah untuk reaksi
2. Menaikkan suhu dan tekanan dapat menstabilkan preparasi senyawa dalam keadaan oksidasi
3. Pada kondisi *super heated water*, oksida logam yang tidak larut dalam air dapat menjadi larut. Apabila suhu dan tekanan tersebut belum mampu, maka dapat ditambahkan garam alkali atau logam yang anionnnya dapat membentuk kompleks dengan padatan sehingga padatan menjadi larut
4. Menghasilkan partikel dengan kristalinitas tinggi
5. Kemurnian tinggi
6. Distribusi ukuran partikel yang homogen

(Lee, 1991).

2.5 Karakterisasi

2.5.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Difraksi sinar-X (XRD) merupakan suatu metode analisis yang didasarkan pada interaksi antara materi dengan radiasi elektromagnetik sinar-X, dimana terjadi pengukuran radiasi sinar-X yang terdifraksi oleh bidang kristal. Penghamburan sinar-X oleh unit-unit pada kristal, akan menghasilkan pola difraksi yang digunakan untuk menentukan susunan partikel pada pola padatan (Goldberg *et al.*, 2004). Sinar-X memiliki rentang energi 10-100 MeV dengan panjang gelombang 10 sampai 10^{-3} nm dan diklasifikasikan sebagai gelombang

elektromagnetik yang berbeda dari gelombang radio, cahaya, dan sinar gamma (Waseda *et al.*, 2011).

Sinar-X apabila ditembakkan pada suatu bahan, maka beberapa sinar akan dipantulkan oleh bidang kristal yang terdapat dalam suatu bahan dengan sudut pantulan yang sama dengan sudut datang. Sinar sisanya akan ditransmisikan menembus bidang. Arah difraksi sinar-X hanya akan terdeteksi pada saat kondisi Bragg atau “hukum Bragg” yang memenuhi persamaan:

$$2 d \sin \theta = n\lambda \quad \dots\dots\dots(2.1)$$

dimana:

d = Jarak antar bidang

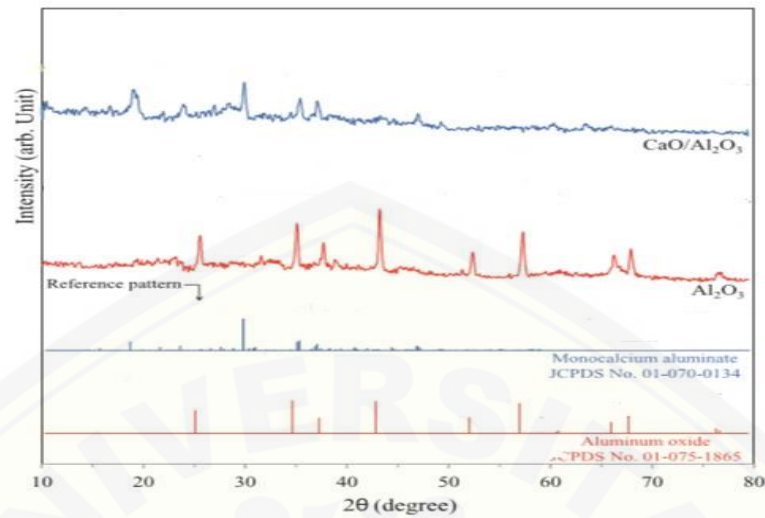
θ = Sudut datang sinar

n = Orde difraksi (1,2,3 dan seterusnya)

λ = Panjang gelombang sinar-X

(Waseda *et al.*, 2011).

Difraksi sinar-X digunakan untuk mengidentifikasi fasa produk dan menghitung tingkat kristalinitas berdasarkan intensitas tertinggi dari pola difraktometer sinar-X. Berdasarkan pola difraksi tersebut dapat diperkirakan ada atau tidaknya fase kristal atau fase amorf. Proses identifikasi fase didasarkan pada pencocokan data posisi-posisi puncak difraksi terukur dengan *database*, seperti dalam bentuk kartu PDF (*Powder Diffraction File*). Selain itu, ada juga yang menggunakan *software* berupa *peak search* (menemukan posisi puncak) dan *search match* (pencocokan terhadap *database*). *Search match* dapat dilakukan dengan cara manual maupun cara berbasis komputer (Pratapa, 2004). Berikut ini merupakan contoh difraktogram dari kalsium aluminat:



Gambar 2.3 Difraktogram dari CaO.Al₂O₃ (Nayebzadeh *et al.*, 2016).

2.5.2 Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (GC-MS)

Gas Chromatography Mass Spectrometry (GC-MS) merupakan gabungan dua buah alat yaitu kromatografi gas dan spectrometer massa. GC-MS digunakan untuk mendeteksi massa antara 10 m/z hingga 700 m/z (Fessenden,1982). Kromatografi gas berfungsi sebagai alat pemisah berbagai komponen campuran dalam sampel (Agusta, 2000). Prinsip kerja dari kromatografi gas terkait dengan titik didih senyawa yang dianalisis serta perbedaan interaksi analit dengan fase diam dan fase gerak. Senyawa dengan titik didih yang tinggi memiliki waktu retensi yang lama. Senyawa yang lebih terikat dalam fase cair pada permukaan fase diam juga memiliki waktu retensi yang lebih lama. Spektrometer massa berfungsi untuk mendeteksi masing-masing molekul komponen yang telah dipisahkan pada sistem kromatografi gas (Agusta, 2000). Prinsip kerja spektrometer massa adalah menembak sampel yang sedang dianalisis dengan berkas elektron dan secara kuantitatif mencatat hasilnya sebagai suatu spektrum fragmen ion positif. Fragmen-fragmen tersebut berkelompok sesuai dengan massanya (Fessenden,1982).

Analisis dengan GC–MS dapat dibagi dalam dua kelompok, yaitu kualitatif dan kuantitatif. Kedua analisis tersebut menggunakan spektrometer massa sebagai detektor (Munson, 1991). Berdasarkan analisis GC–MS diperoleh dua informasi dasar, yaitu hasil analisis kromatografi gas yang ditampilkan dalam bentuk kromatogram dan hasil analisis spektrometer massa yang ditampilkan dalam bentuk spektrum massa. Kromatogram memberikan informasi mengenai jumlah komponen kimia yang terdapat dalam campuran yang dianalisis (jika sampel berbentuk campuran) yang ditunjukkan oleh jumlah puncak yang terbentuk pada kromatogram berikut kuantitas masing-masing. Spektrum massa hasil analisis sistem spektrometer massa merupakan gambaran mengenai jenis dan jumlah fragmen molekul yang terbentuk dari suatu komponen kimia (masing-masing puncak pada kromatogram). Setiap fragmen yang terbentuk dari pemecahan suatu komponen kimia memiliki berat molekul yang berbeda dan ditampilkan dalam bentuk diagram dua dimensi, m/z (m/e , massa/muatan) pada sumbu X dan intensitas pada sumbu Y yang disebut spektrum massa (Agusta, 2000).

BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Pelaksanaan

Penelitian ini telah dilakukan pada bulan Juni 2018 sampai Agustus 2019 di Laboratorium Anorganik, Laboratorium Analitik dan Laboratorium Organik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember. Analisa *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan di Laboratorium Kimia Material dan Metalurgi Institut Teknologi Sepuluh November dan analisa Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (GC-MS) dilakukan di Universitas Gajah Mada.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

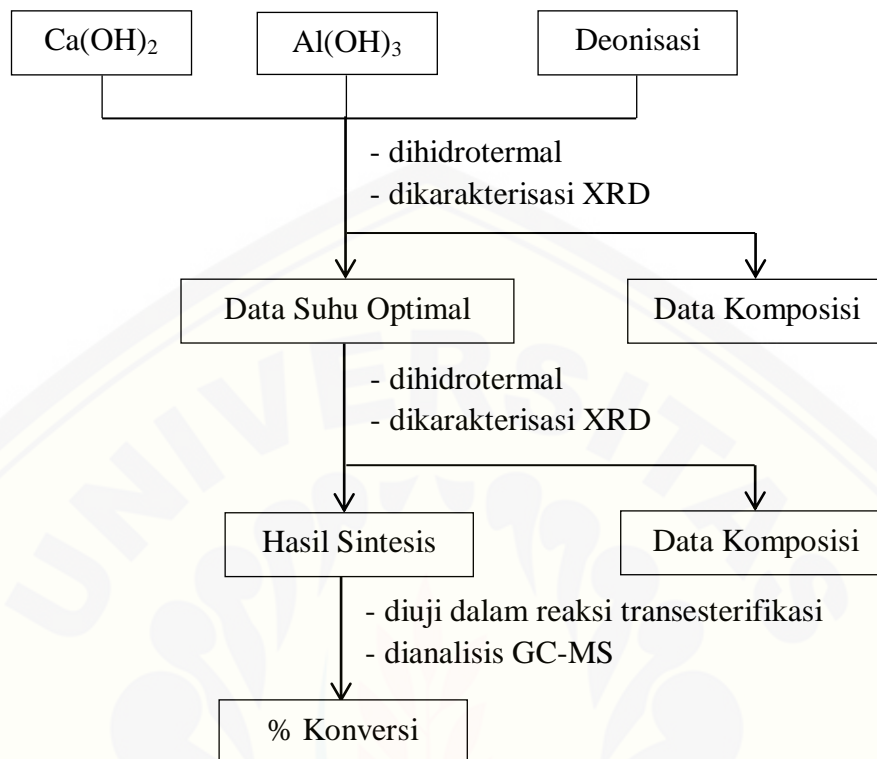
3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini digolongkan menjadi peralatan gelas, bukan gelas dan instrumen. Peralatan gelas seperti *beaker glass*, kaca arloji, batang pengaduk, gelas ukur, labu alas bulat, kondensor dan corong pemisah. Peralatan bukan gelas seperti statif dan selang air. Peralatan instrumen seperti neraca analitik, autoklaf, *oven*, *furnace*, *X-Ray Diffraction* (XRD), Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (GC-MS), *magnetic stirrer*, penangas air dan *centrifuge*.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi $\text{Ca}(\text{OH})_2$, $\text{Al}(\text{OH})_3$, air deionisasi, minyak sawit, metanol, akuades, NaOH dan MgSO_4 .

3.3 Diagram Alir Penelitian



3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Preparasi katalis

Bahan utama dalam preparasi katalis yaitu kalsium hidroksida (Ca(OH)_2) dan aluminium hidroksida (Al(OH)_3) dengan perbandingan mol 1:2. Sampel Ca(OH)_2 sebanyak 0,37 gram dan 0,78 gram Al(OH)_3 dilarutkan dalam 30 mL air deionisasi dan diaduk selama 4 jam. Sampel yang diperoleh selanjutnya dipindahkan ke dalam autoklaf dan dijaga suhunya selama 10 jam dengan variasi suhu hidrotermal 150°C , 175°C dan 200°C . Sampel didinginkan pada suhu kamar, kemudian difiltrasi dan residu dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C selama 12 jam. Sampel dikalsinasi pada suhu 700°C selama 5 jam dan selanjutnya didinginkan pada suhu ruang sehingga diperoleh katalis kalsium aluminat. Katalis kalsium aluminat dengan suhu optimum dapat dilihat dari hasil karakterisasi menggunakan XRD. Kalsium aluminat dilakukan sintesis kembali dengan

perlakuan yang sama pada suhu optimum dan variasi waktu hidrotermal yang digunakan yaitu 10 jam, 15 jam dan 20 jam (Khan *et al.*, 2016).

3.4.2 Karakterisasi Difraksi sinar-X (XRD)

Katalis kalsium aluminat dikarakterisasi menggunakan Difraksi sinar-X (XRD). Pengukuran pola difraksi pada 2θ dimulai dari 3-80 derajat dengan kecepatan difraksi 2 derajat/menit. Kondisi pengoperasian XRD pada 40 kV dan 30 mA dengan menggunakan radiasi Cu-K α . Interferensi konstruktif radiasi sinar-X tersebut akan terbaca sebagai puncak-puncak grafik yang ditampilkan oleh layar komputer (Khan *et al.*, 2016).

3.4.3 Reaksi transesterifikasi

Aktivitas katalis terhadap biodiesel diukur berdasarkan hasil reaksi transesterifikasi minyak sawit dengan metanol. Percobaan dilakukan dengan menggunakan labu alas bulat yang dilengkapi dengan pengaduk *magnetic* dan kondensor. Metanol dan minyak sawit ditambahkan ke dalam labu alas bulat 150 mL dengan perbandingan mol 12:1, sedangkan katalis yang ditambahkan 10% berat (berdasarkan berat minyak 8,9 gram). Sampel 4,032 gram metanol; 8,9 gram minyak sawit dan 0,89 gram katalis direaksikan dalam labu alas bulat. Kondisi reaksi ditetapkan pada suhu 65°C selama 4 jam. Reaksi dalam labu alas bulat apabila telah selesai, maka dilakukan pemisahan katalis dari gliserol dengan menggunakan sentrifugasi. Pemisahan dengan sentrifugasi dilakukan selama 25 menit dengan kecepatan 2500 rpm. Supernatan dari hasil sentrifugasi merupakan biodiesel, yang selanjutnya dimurnikan dengan ekstraksi menggunakan pelarut air. Ekstrak ditambahkan dengan MgSO₄ untuk mengikat air yang terdapat dalam biodiesel (metil ester). Proses yang sama dilakukan menggunakan katalis NaOH sebagai pembanding. NaOH yang digunakan sebanyak 1% berat minyak yaitu 0,089 gram dengan perbandingan mol metanol : minyak sebesar 6 : 1. Minyak yang digunakan sebanyak 8,9 gram sedangkan metanolnya sebanyak 2,016 gram.

Konversi minyak sawit menjadi biodiesel ditentukan menggunakan kromatografi gas-spektrometri massa (GC-MS) berdasarkan persamaan berikut :

$$\text{Konversi (\%)} = \frac{(\text{jumlah metil ester yang diperoleh})}{(\text{jumlah awal minyak sawit})} \times 100\%$$

(Umdu dan Seker, 2012).



BAB 5. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

1. Pengaruh suhu hidrotermal terhadap fasa CaAl_2O_4 pada penelitian ini bersifat fluktuatif, dimana pada suhu 175°C mengalami penurunan % fasa dan meningkat lagi pada suhu 200°C menghasilkan % fasa sebesar 35,7%.
2. Pengaruh waktu hidrotermal terhadap fasa CaAl_2O_4 pada penelitian ini bersifat fluktuatif, dimana pada waktu hidrotermal 15 jam mengalami peningkatan % fasa sebesar 44,4% dan mengalami penurunan % fasa pada waktu hidrotermal 20 jam.
3. Aktivitas katalis CaAl_2O_4 terhadap hasil reaksi transesterifikasi menghasilkan konversi metil ester sebesar 46,39%.

5.2 Saran

Saran untuk penelitian lebih lanjut bisa dilakukan analisis XRD sebelum dilakukan kalsinasi untuk mengetahui pengaruhnya terhadap hasil sintesis.

DAFTAR PUSTAKA

Agusta, A. 2000. Minyak Atsiri Tumbuhan Tropika Indonesia. Bandung: ITB.

Agustinus, E.T.S. 2009. *Sintesis Hidrotermal Atapulgit Berbasis Batuan Gelas Vulkanik (Perlit) : Perbedaan Perlakuan Statis dan Dinamis Pengaruhnya Terhadap Kuantitas dan Kualitas Kristal*. Bandung: Puslit Geoteknologi Komplek LIPI.

Arifin, Z., B., Rudiyanto, & Y., Susmiati. 2016. Produksi Biodiesel Dari Minyak Jelantah Menggunakan Katalis Heterogen Cangkang Bekicot (*Achatina Fulica*) dengan Metode Pencucian *Dry Washing*. *Jurnal Rotor*, 9(2), 5.

Badan Pusat Statistik. 2017. *Jumlah Kendaraan Bermotor Menurut Jenis*. Jakarta: Badan Pusat Statistik.

Barrer, Maling Richard. 1982. *Hydrothermal Chemistry of Zeolites*. University of California: Academic Press.

Bird, T. 1993. *Kimia Fisika untuk Universitas*. Jakarta: Gramedia Pustaka Utama.

Busca, G. 2014. *Heterogeneous Catalytic Materials: Solid State Chemistry, Surface Chemistry and Catalytic Behaviour*. Amsterdam: Elsevier.

Conley, Shawn P. 2012. *What is Biodiesel*. USA: Purdue University.

Dahlan, N.I., Marsih, P. Makertihartha, J. Praserthdam., Panpranot, & Ismunandar. 2012. γ -Alumina Nanotubes Prepared by Hydrothermal Method as Support of Iron, Cobalt and Nickel for Fischer-Tropsch Catalysts. *Chemistry and Materials Research*, 2(3), 10.

Drelienkiewics, D., Z.K. Jaje., E. Lalik., & R. Kosydar. 2014. Organo-Sulfonic Acids Doped Polyaniline-Based Solid Acid Catalysts for The Formation of Bio-esters in Transesterification and Esterification Reactions. *Fuel*, 116, 760-771.

- Endalew, A. K., Y. Kiros., & R. Zanzi. 2011. Inorganic heterogeneous catalysts for biodiesel production from vegetable oils. *Biomass and Bioenergy*, 35(9), 3787–3809.
- Fessenden. 1982. *Kimia Organik*. Jakarta: Erlangga.
- Gates, B. C. 1992. *Catalytic Chemistry*. Singapore: John Wiley and Sons Inc.
- Georgogianni, K.G., A.P. Katsoulidis., P.J. Pomonis, & Kontominas. 2009. Transesterification of Soybean Frying Oil to Biodiesel Using Heterogeneous Catalysts. *Fuel Processing Technology*, 90, 671-676.
- Gerpen, V.J., R. Shanks., & Pruszko. 2004. *Biodiesel Production Technology*. Colorado: National Renewable Laboratory.
- Goldberg, A.B., H.M. Deitel, & P.J Deitel. 2004. *Internet & World Wide Web How to Program Third Edition*. New Jersey: Prentice Hall.
- Guan, G., K. Kusakabe., N. Sakurai, & K. Moriyama. 2009. Transesterification of vegetable oil to biodiesel fuel using acid catalysts in the presence of dimethyl ether. *Fuel*, 88(1), 81–86.
- Hamilton, C. 2004. *Biofuel Made Easy*. Melbourne: Australian Engineers Institute.
- Hart, H. 1990. *Kimia Organik*. Jakarta: Erlangga.
- Helwani, Z., M.R. Othman., N. Aziz., J. Kim, & W.J.N. Fernando. 2009. Solid heterogeneous catalysts for transesterification of triglycerides with methanol: A review. *Applied Catalysis A: General*, 363(1–2), 1–10.
- Helwani, Z., M.R. Othman., N. Aziz., W.J.N. Fernando, & J. Kim. 2009. Technologies for production of biodiesel focusing on green catalytic techniques: A review. *Fuel Processing Technology*, 90(12), 1502–1514.

- Imtiaz, A., M.A. Farrukh., M. Khaleeq-ur-rahman, & R. Adnan. 2013. Micelle-Assisted Synthesis of $\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{CaO}$ Nanocatalyst: Optical Properties and Their Applications in Photodegradation of 2,4,6-Trinitrophenol. *The Scientific World Journal*, 1–11.
- Ismagilov, Z. R., N.V. Shikina., N.A. Mazurkova., L.T. Tsikoza., F.V. Tuzikov., V.A. Ushakov, & E.I. Ryabchikova. 2012. Synthesis of Nanoscale TiO_2 and Study of the Effect of Their Crystal Structure on Single Cell Response. *The Scientific World Journal*, 1–14.
- Istadi. 2011. *Teknologi Katalis untuk Konversi Energi*. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Jocheim, J. 1998. *The Dependence of The Conversion Performance of Different Type of diesel Catalysts as a Funcional of Operation Properties*. Jerman: Vom Fechberlich Chemie der Niversitat Hannover.
- KESDM. 2015. Rencana Strategis Kementerian ESDM Tahun 2015–2019 (Renstra KESDM 2015–2019). Jakarta: Kementerian Energi dan Sumber Daya Mineral (KESDM).
- Ketaren, S. 2005. *Minyak dan Lemak Pangan*. Jakarta: UI Press.
- Khan, A.K. 2002. *Research Into Biodiesel Kinetics and Development*. Queensland: The University of Queensland.
- Khan, K., J. Li., W. Zou., W. Xu., Y. Yang, & W. Song. 2016. Low temperature synthesis of nano porous $12\text{CaO}\cdot 7\text{Al}_2\text{O}_3$ powder by hydrothermal method. *Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed.*, 31(6), 1201–1205.
- Kraus, A., & G. Nolze. 1999. *Powder Cell for Windows Version 2.3. ICDD. Federal Institute for Materials Research and Testing*. Rudower Chaussee 5. 12489, Berlin. Germany.
- Lam, M. K., K.T. Lee, & A.R. Mohamed. 2010. Homogeneous, heterogeneous and enzymatic catalysis for transesterification of high free fatty acid oil

(waste cooking oil) to biodiesel: A review. *Biotechnology Advances*, 28(4), 500–518.

Lee, J. D. 1991. *Concise inorganic chemistry*. London: Chapman and Hall.

Liang, T. 2009. *Seluk Beluk Kelapa Sawit*. Kalimantan Barat: PT. Harapan Sawit Lestari.

Liu, X., H. He., Y. Wang., S. Zhu, & X. Piao. 2008. Transesterification of soybean oil to biodiesel using CaO as a solid base catalyst. *Fuel*, 87(2), 216–221.

Lukić, I., J. Krstić., D. Jovanović, & D. Skala. 2009. Alumina/silica supported K₂CO₃ as a catalyst for biodiesel synthesis from sunflower oil. *Bioresource Technology*, 100(20), 4690–4696.

Manai, Syamsudin. 2010. *Membuat Sendiri Biodiesel*. Yogyakarta: Penerbit Andi.

Meher, L., D. Vidyasagar, & S. Naik. 2006. Technical aspects of biodiesel production by transesterification—a review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 10(3), 248–268.

Munson, J.W. 1991. *Analisis Farmasi Metode Modern*. Surabaya: Airlangga University Press.

Nasikin, M., Susanto, & B. Heru. 2010. *Katalisis Heterogen*. Depok : UI Press.

Nayebzadeh, H., N. Saghatoleslami, & M. Tabasizadeh. 2016. Optimization of the activity of KOH/calcium aluminate. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 68, 379–386.

Ngamcharussrivichai, C., P. Nunthasanti., S. Tanachai, & K. Bunyakiat. 2010. Biodiesel production through transesterification over natural calciums. *Fuel Processing Technology*, 91(11), 1409–1415.

Ningsih, S.K.W. 2016. *Sintesis Anorganik*. Padang: UNP Press.

Noiroj, K., P. Intarapong., A. Luengnaruemitchai, & S. Jai-In. 2009. A comparative study of KOH/Al₂O₃ and KOH/NaY catalysts for biodiesel production via transesterification from palm oil. *Renewable Energy*, 34(4), 1145–1150.

Packer, L. & E. Cadenas. 2002. *Handbook of Antioxidants*. New York: Marcel Dekker, Inc.

Pahan, I. 2008. *Panduan Lengkap Kelapa Sawit*. Jakarta: Penebar Swadaya.

Pratapa, S. 2004. *Bahan Kuliah Difraksi Sinar-X*. Surabaya: ITS.

Ramadhas, A., S. Jayaraj, & C. Muraleedharan. 2005. Biodiesel production from high FFA rubber seed oil. *Fuel*, 84(4), 335–340.

Rivas, M, J. M., A.H. De Aza, & P. Pena. 2005. Synthesis of CaAl₂O₄ from powders: Particle size effect. *Journal of the European Ceramic Society*, 25(14), 3269–3279.

Rondang, T. 2006. *Teknologi Oleokimia*. Medan: Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Sumatera Utara.

Samik., R. Ediati & D. Prasetyoko. 2011. *Pengaruh Kebasaan dan Luas Permukaan Katalis Terhadap Aktivitas Katalis Basa Heterogen untuk Produksi Biodiesel*. Surabaya: ITS.

Selyunina, L. A., L.N. Mishenina., K.P. Mashkova, & Y.G. Slizhov. 2016. Sol-gel synthesis and sorption properties of calcium monoaluminate. *Russian Journal of Applied Chemistry*, 89(3), 394–399.

Shu, Q., J. Gao., Z. Nawaz., Y. Liao., D. Wang, & J. Wang. 2010. Synthesis of biodiesel from waste vegetable oil with large amounts of free fatty acids using a carbon-based solid acid catalyst. *Applied Energy*, 87(8), 2589–2596.

- Sudradjat. 2006. *Memproduksi Biodiesel Jarak Pagar*. Jakarta: Penebar Swadaya.
- Syah & N. A. Andi. 2006. *Biodiesel Jarak Pagar, Bahan Bakar Alternatif yang Ramah Lingkungan*. Depok: Agro Media Pustaka.
- Tapanes, N. C., D.A. Gomes Aranda., J.W. de Mesquita Carneiro, & O.A. Ceva Antunes. 2008. Transesterification of *Jatropha curcas* oil glycerides: Theoretical and experimental studies of biodiesel reaction. *Fuel*, 87(10–11), 2286–2295.
- Triyono. 2002. *Kimia Katalis*. Yogyakarta: FMIPA UGM.
- Umdu, E. S., & E. Seker. 2012. Transesterification of sunflower oil on single step sol–gel made Al_2O_3 supported CaO catalysts: Effect of basic strength and basicity on turnover frequency. *Bioresource Technology*, 106, 178–181.
- Waseda, Y., M. Eiichiro, & S. Kozo. 2011. *X-Ray Diffraction Crystallography Introduction, Examples and Solved Problem*. London New York: Springer Heidelberg Dordrecht.
- Yunizurwan. 2007. Analisis Potensi dan Peluang Ekonomi Biodiesel dari Minyak Jarak Pagar sebagai Bahan Bakar Alternatif. USU: Sumatera Utara.
- Yuwono, A. H., B. Liu., J. Xue., J. Wang., H.I. Elim., W. Ji, & T.J. White. 2004. Controlling the crystallinity and nonlinear optical properties of transparent TiO_2 –PMMA nanohybrids. *J. Mater. Chem.*, 14(20), 2978–2987.
- Zhang, Y. 2003. Low-temperature hydrothermal synthesis of spinel-type lithium manganese oxide nanocrystallites. *Solid State Ionics*, 158(1–2), 113–117.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Preparasi Katalis

1.1 Massa $\text{Ca}(\text{OH})_2$

$$n = \frac{\text{Massa}}{\text{Mr}}$$

$$1 \text{ mol} = \frac{\text{Massa}}{74 \text{ gram/mol}}$$

$$\text{Massa} = 74 \text{ gram}$$

$$\frac{74 \text{ gram}}{200} = 0,37 \text{ gram}$$

1.2 Massa $\text{Al}(\text{OH})_3$

$$n = \frac{\text{Massa}}{\text{Mr}}$$

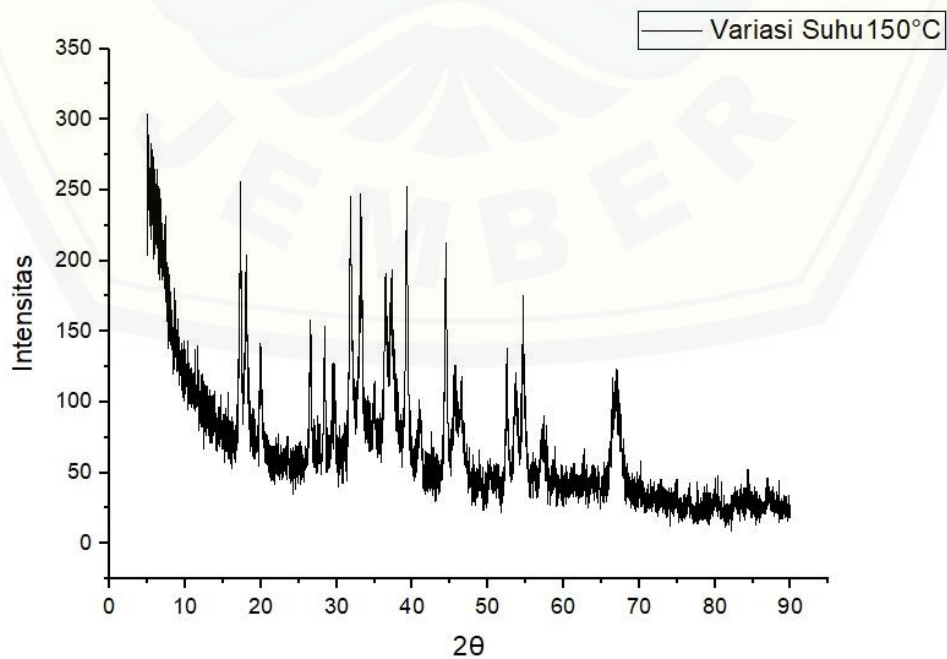
$$2 \text{ mol} = \frac{\text{Massa}}{78 \text{ gram/mol}}$$

$$\text{Massa} = 156 \text{ gram}$$

$$\frac{156 \text{ gram}}{200} = 0,78 \text{ gram}$$

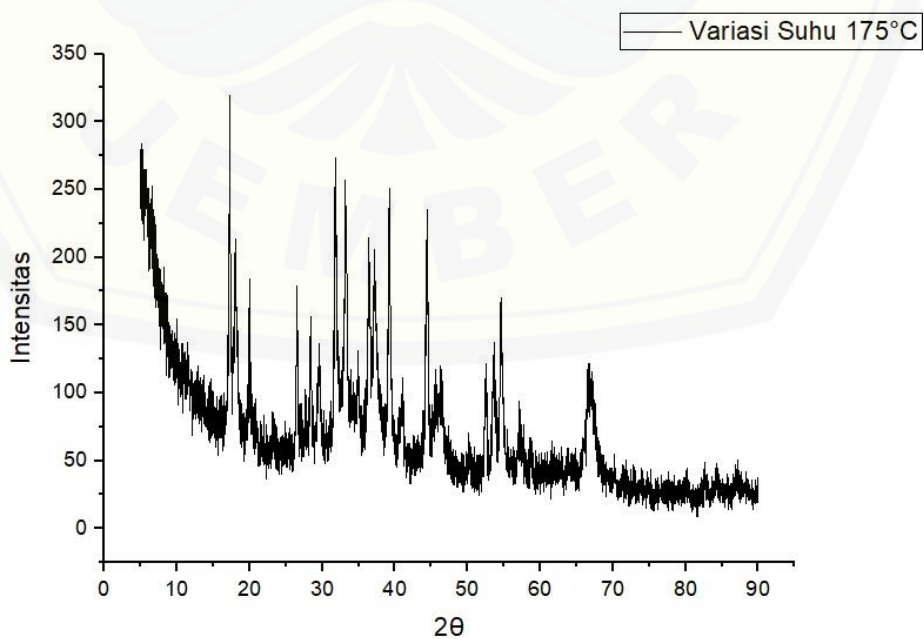
Lampiran 2. Hasil Analisa XRD Variasi Suhu

2.1 Variasi Suhu 150°C



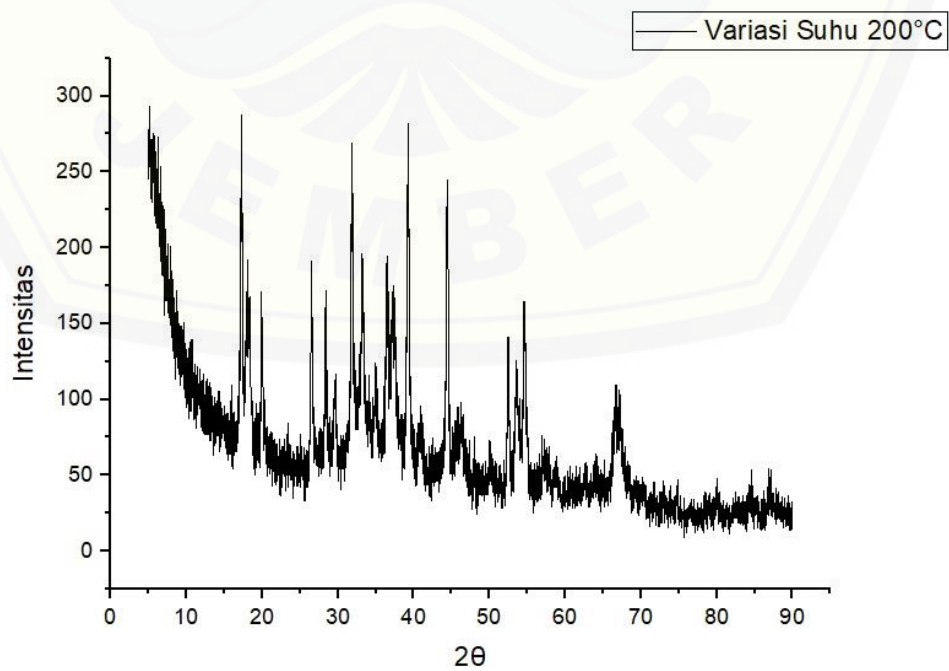
No	Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
1	17.2769	178.1	0.0836	5.13278	91.92
2	18.0349	119.81	0.1673	4.91871	61.84
3	19.9286	67.99	0.1338	4.4554	35.09
4	26.5337	88.03	0.2007	3.3594	45.44
5	28.3887	86.19	0.1673	3.14397	44.49
6	29.6689	54.99	0.3346	3.01115	28.38
7	31.8247	185.81	0.1338	2.81193	95.9
8	33.1886	156.62	0.2676	2.69942	80.84
9	34.9689	51.94	0.2007	2.56596	26.81
10	36.5223	122.42	0.2676	2.46032	63.19
11	37.1787	118.64	0.4015	2.41838	61.24
12	39.2902	193.74	0.1004	2.29314	100
13	41.0556	37.77	0.4015	2.19852	19.49
14	44.4469	156.7	0.2676	2.03833	80.88
15	45.6396	63.51	0.2007	1.9878	32.78
16	46.483	54.01	0.2676	1.95368	27.88
17	52.4823	66.92	0.1338	1.74361	34.54
18	53.5156	64.66	0.4684	1.71236	33.38
19	54.5721	94.4	0.2007	1.68168	48.73
20	57.1588	30.39	0.5353	1.61157	15.69

2.2 Variasi Suhu 175°C



No	Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
1	17.2764	234.19	0.0669	5.13291	100
2	18.0597	129.6	0.2342	4.91203	55.34
3	19.938	91.49	0.1338	4.45332	39.07
4	26.5106	116.02	0.1673	3.36227	49.54
5	28.4249	86.39	0.2342	3.14004	36.89
6	29.5755	62.25	0.4015	3.02045	26.58
7	31.7684	193.47	0.1673	2.81678	82.61
8	33.2201	180.21	0.1338	2.69694	76.95
9	34.945	65.82	0.2676	2.56767	28.11
10	36.4892	119.13	0.3346	2.46247	50.87
11	37.169	127.08	0.2007	2.41899	54.27
12	39.2924	197.19	0.1506	2.29301	84.2
13	41.1437	41.14	0.2007	2.19402	17.57
14	44.3779	167.2	0.2342	2.04134	71.4
15	45.5598	44.75	0.4015	1.9911	19.11
16	46.5336	45.87	0.4684	1.95167	19.58
17	52.4815	69.62	0.3346	1.74363	29.73
18	53.704	78.45	0.4015	1.70679	33.5
19	54.6081	100.26	0.1673	1.68066	42.81
20	57.1898	34.19	0.2676	1.61077	14.6

2.3 Variasi Suhu 200°C



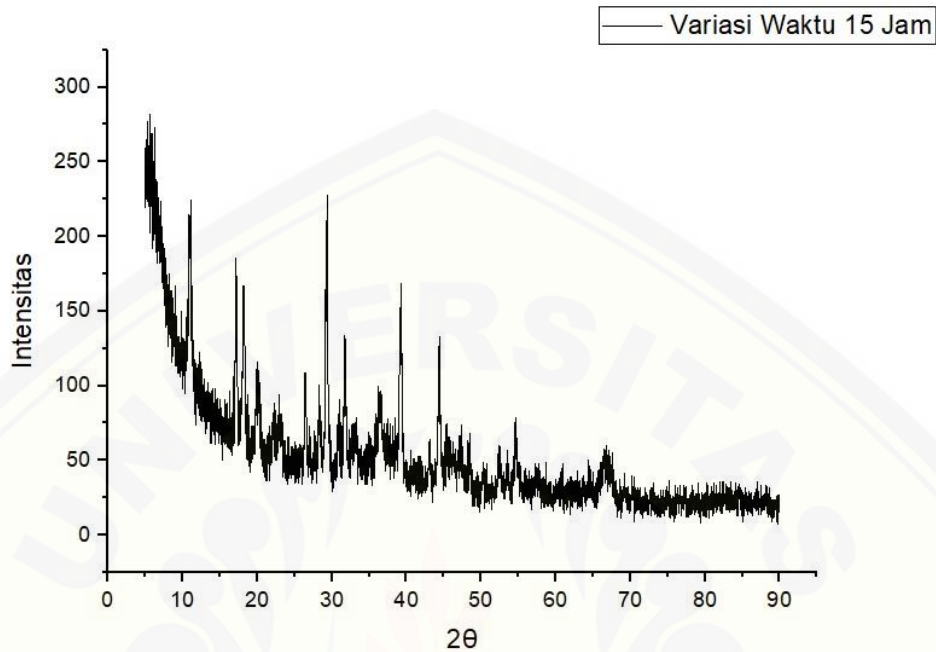
No	Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
1	17.3057	214.44	0.1506	5.12429	94.92
2	17.9551	92.57	0.2007	4.94041	40.97
3	19.964	76.08	0.2007	4.44758	33.68
4	26.5089	117.58	0.1673	3.36248	52.05
5	28.402	112.07	0.1338	3.14252	49.61
6	29.6193	48.81	0.2676	3.01608	21.61
7	31.8406	191.86	0.2342	2.81057	84.93
8	33.3255	121.57	0.2342	2.68865	53.81
9	34.9921	54.98	0.2676	2.56432	24.33
10	36.4203	121.16	0.1338	2.46697	53.63
11	37.1139	95.42	0.2007	2.42245	42.24
12	39.247	225.91	0.1004	2.29556	100
13	41.141	25.26	0.6691	2.19415	11.18
14	44.3502	162.62	0.3011	2.04255	71.98
15	46.3834	28.01	0.4015	1.95764	12.4
16	52.5266	76.77	0.2676	1.74224	33.98
17	53.539	71	0.4684	1.71166	31.43
18	54.6218	112.14	0.2007	1.68027	49.64
19	66.5244	43.57	0.5353	1.40561	19.29
20	67.1176	44.08	0.4015	1.39462	19.51

2.4 Komposisi Sampel Hasil Sintesis Variasi Suhu

Senyawa	% Fasa		
	150°C	175°C	200°C
CaAl ₂ O ₄	32,5	29,9	35,7
Ca ₃ Al ₂ (OH) ₁₂	18,8	16,8	16,7
AlO(OH)	16,0	12,2	18,9
Ca ₃ Al ₂ O ₆	16,9	15,5	10,0
12CaO.7Al ₂ O ₃	15,8	25,6	18,6

Lampiran 3. Hasil Analisa XRD Variasi Waktu

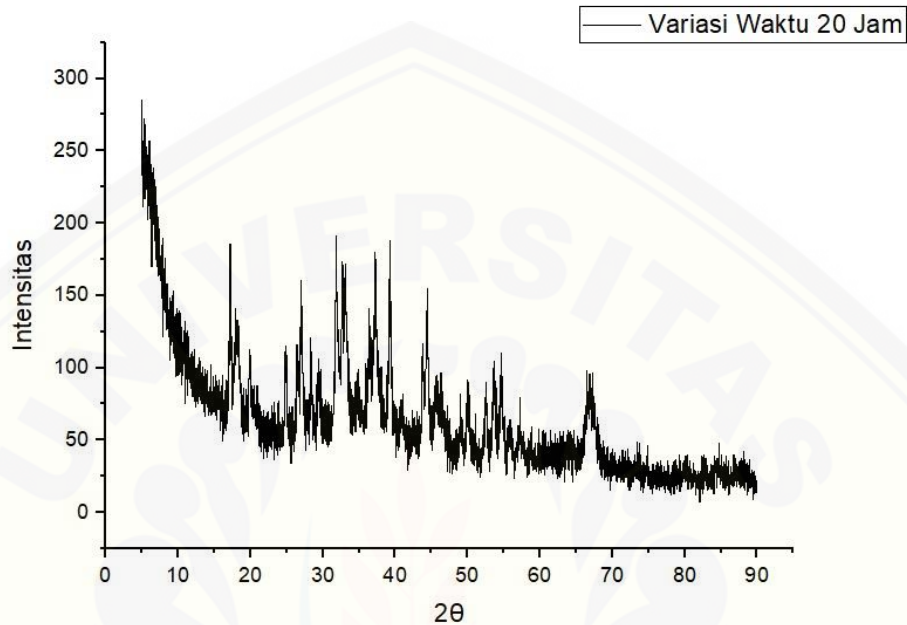
3.1 Variasi Waktu 15 Jam



No	Pos. [$^{\circ}2\theta$.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\theta$.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
1	10.9758	98.46	0.3346	8.06119	62.68
2	17.1779	99.52	0.2007	5.16212	63.35
3	18.266	79.14	0.2007	4.85702	50.37
4	19.885	44.94	0.2676	4.46505	28.61
5	22.0926	25.44	0.2007	4.02364	16.19
6	23.0525	26.51	0.4015	3.85822	16.87
7	26.371	45.07	0.2342	3.37976	28.69
8	28.365	39.7	0.2676	3.14653	25.27
9	29.343	157.1	0.3011	3.04385	100
10	30.8645	28.73	0.2676	2.89718	18.29
11	31.7848	84.9	0.1673	2.81537	54.04
12	36.3594	39.62	0.4015	2.47096	25.22
13	39.1749	102.46	0.1673	2.29962	65.22
14	44.3546	86.35	0.2007	2.04236	54.97
15	45.4519	27.11	0.4015	1.99557	17.26
16	47.4682	27.46	0.2007	1.91541	17.48
17	48.4403	31.89	0.2007	1.87922	20.3
18	52.4111	22.73	0.4015	1.74581	14.47

19	54.5919	33.15	0.2007	1.68111	21.1
20	66.5668	21.74	0.5353	1.40482	13.84

3.2 Variasi Waktu 20 Jam



No	Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
1	17.1597	85.48	0.1673	5.16756	66.06
2	17.9348	62	0.3346	4.94594	47.91
3	24.8123	52.34	0.2676	3.58842	40.45
4	26.4528	52.44	0.1338	3.36949	40.53
5	26.9655	86.99	0.1673	3.30658	67.23
6	28.3632	53.18	0.1673	3.14674	41.1
7	29.6354	39.36	0.5353	3.01448	30.42
8	31.7965	119.7	0.1673	2.81436	92.5
9	32.6919	99.6	0.2007	2.7393	76.97
10	33.2179	92.61	0.2676	2.69711	71.57
11	36.4342	76.85	0.2007	2.46606	59.39
12	37.2476	116.81	0.3346	2.41406	90.27
13	39.2332	129.4	0.1673	2.29634	100
14	43.7724	59.83	0.2676	2.06816	46.24
15	44.4366	95.86	0.3011	2.03878	74.08
16	45.6324	38.71	0.4015	1.9881	29.91
17	49.9534	43.58	0.3346	1.82578	33.68

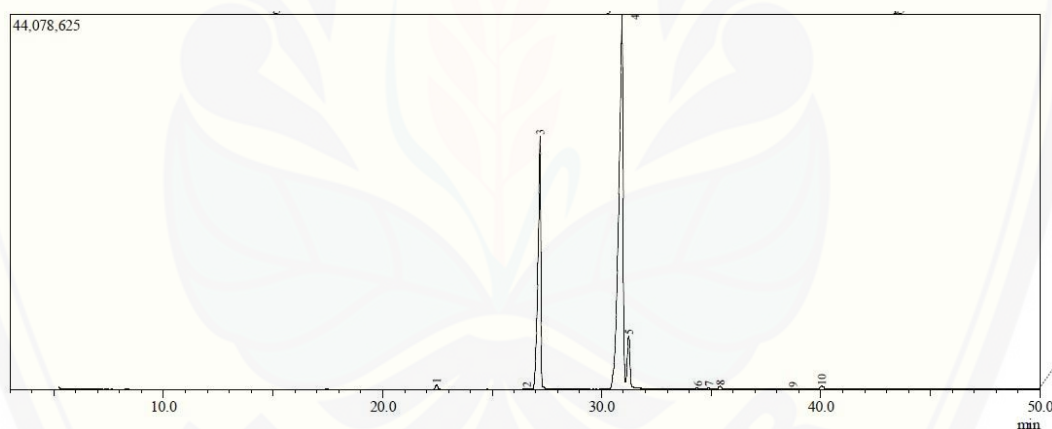
18	52.5695	47.94	0.3011	1.74092	37.04
19	53.6942	57.24	0.4015	1.70708	44.23
20	54.6608	55.71	0.2676	1.67916	43.05

3.3 Komposisi Sampel Hasil Sintesis Variasi Waktu

Senyawa	% Fasa		
	10 Jam	15 Jam	20 Jam
CaAl_2O_4	35,7	44,4	37,7
$\text{Ca}_3\text{Al}_2(\text{OH})_{12}$	16,7	23,7	18,2
$\text{AlO}(\text{OH})$	18,9	–	16,5
$\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$	10,0	10,5	10,3
$12\text{CaO} \cdot 7\text{Al}_2\text{O}_3$	18,6	21,4	17,4

Lampiran 4. Hasil Analisa GC-MS Metil Ester

4.1 Kromatogram Hasil Analisa GC-MS Metil Ester



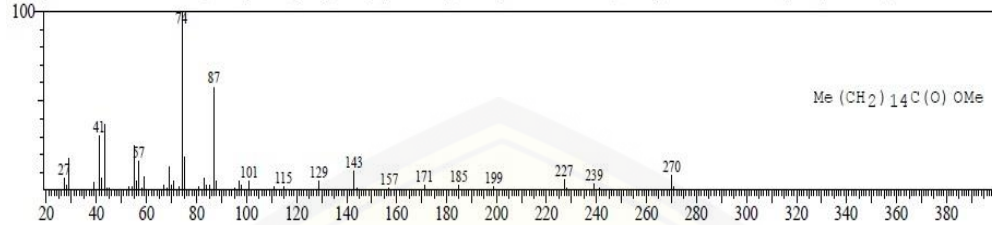
Peak	R.Time	I.Time	F.Time	Area	%Area	Height	Compound
3	27.184	26.792	30.333	276744988	28.82	29760486	Metil Palmitat
4	30.931	30.333	31.083	602514049	62.74	44027343	Metil Oleat
5	31.232	31.083	49.875	63360752	6.6	6213815	Metil Stearat

Spektra Massa Metil Palmitat

Hit#:2 Entry:124619 Library:WILEY229.LIB

SI:95 Formula:C17 H34 O2 CAS:112-39-0 MolWeight:270 RetIndex:0

CompName:Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl palmitate \$\$ Methyl hexadecanoate \$\$ Methyl n-hexadecanoate \$\$ Uniphat A60 \$\$ Metholene 2216 \$\$ Palmitic acid methyl ester \$\$

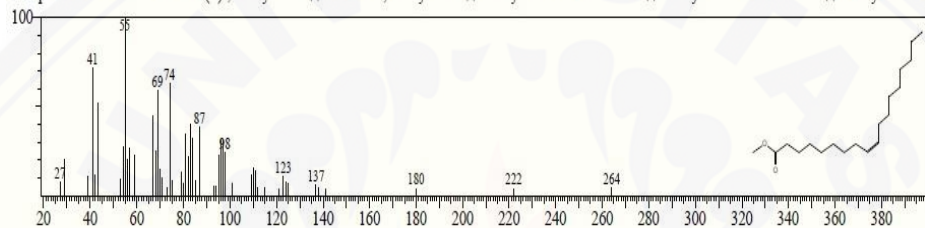


Spektra Massa Metil Oleat

Hit#:1 Entry:42154 Library:NIST62.LIB

SI:94 Formula:C19H36O2 CAS:112-62-9 MolWeight:296 RetIndex:0

CompName:9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl ester \$\$ Oleic acid, methyl ester \$\$ Emery oleic acid ester 2301 \$\$ Methyl cis-9-octadecenoate \$\$ Methyl oleate \$\$ (Z)-9-Octadecenoic acid methyl ester \$\$

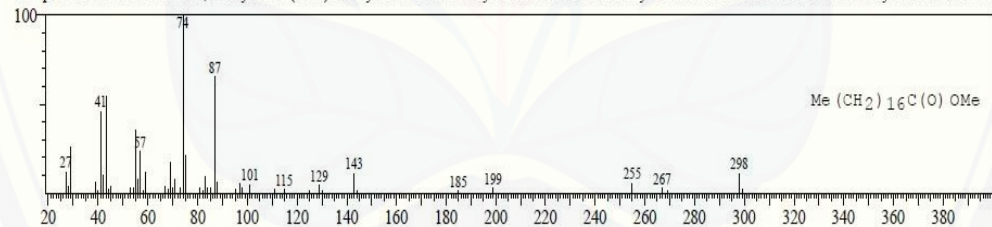


Spektra Massa Metil Stearat

Hit#:3 Entry:144206 Library:WILEY229.LIB

SI:93 Formula:C19 H38 O2 CAS:112-61-8 MolWeight:298 RetIndex:0

CompName:Octadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl stearate \$\$ Methyl octadecanoate \$\$ Methyl n-octadecanoate \$\$ Stearic acid methyl ester \$\$ Kemester 9718 \$\$ Stearic acid, methyl ester \$\$



Lampiran 5. Perhitungan Proses Transesterifikasi Metil Ester

5.1 Perhitungan Berat Molekul Trigliserida

Asam Lemak	Berat Molekul (BM)	% Area	BM × % Area (gram/mol)
Asam Kaprat	172 gram/mol	0,41	0,7052
Asam Palmioleat	254 gram/mol	0,13	0,3302
Asam Palmitat	256 gram/mol	28,82	73,779
Asam Oleat	282 gram/mol	62,74	176,93
Asam Stearat	284 gram/mol	6,60	18,744
Asam Oleat	282 gram/mol	0,16	0,4512
Asam Liknoserat	368 gram/mol	0,31	1,1408
Total		99,17	272,08

$$\begin{aligned}
 \text{Berat Molekul Triglicerida} &= \text{Mr Gliserol} + (3 \times \text{Mr Asam Lemak}) - (3 \times \text{Mr Air}) \\
 &= 92 \text{ g/mol} + (3 \times 272,08 \text{ g/mol}) - (3 \times 18 \text{ g/mol}) \\
 &= 92 \text{ g/mol} + 816,24 \text{ g/mol} - 54 \text{ g/mol} \\
 &= 854,24 \text{ g/mol}
 \end{aligned}$$

5.2 Perhitungan Massa Minyak, Metanol dan Katalis

$$\begin{aligned}
 \text{Massa minyak} &= \rho \text{ minyak} \times V \text{ minyak} \\
 &= 0,89 \text{ g/mL} \times 10 \text{ mL} \\
 &= 8,9 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa katalis} &= 10\% \text{ berat minyak} \\
 &= \frac{10}{100} \times 8,9 \text{ gram} \\
 &= 0,89 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

$$\text{Perbandingan mol minyak : metanol} = 1 : 12$$

$$\begin{aligned}
 \text{Mol minyak} &= \frac{\text{Massa minyak}}{\text{BM Triglicerida}} \\
 &= \frac{8,9 \text{ gram}}{854,24 \text{ g/mol}} \\
 &= 0,0104 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Mol metanol} &= \frac{12}{1} \times \text{mol minyak} \\
 &= \frac{12}{1} \times 0,0105 \text{ mol} \\
 &= 0,126 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa metanol} &= \text{mol metanol} \times \text{Mr metanol} \\
 &= 0,126 \text{ mol} \times 32 \text{ g/mol} \\
 &= 4,032 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Berat molekul metil ester} &= \text{BM Asam Lemak} + \text{BM CH}_2 \\
 &= 272,08 \text{ gram/mol} + 14 \text{ gram/mol} \\
 &= 286,08 \text{ gram/mol}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Berat teoritis trigliserida} &= (3 \times \text{mol minyak}) \times \text{BM metil ester} \\
 &= (3 \times 0,0104 \text{ mol}) \times 286,08 \text{ gram/mol} \\
 &= 8,926 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

5.3 Berat Metil Ester (ME) Hasil Percobaan

Katalis	Berat ME			Rata-rata Berat ME
	U1 (gram)	U2 (gram)	U3 (gram)	
CaAl ₂ O ₄	4,2145	4,4997	3,7108	4,1416
NaOH	7,0921	7,2033	7,1412	7,1455

5.4 Konversi Metil Ester

a. Katalis CaAl₂O₄

$$\begin{aligned}
 \text{Konversi (\%)} &= \frac{\text{Rata-rata metil ester yang diperoleh}}{\text{Berat Teoritis}} \times 100 \% \\
 &= \frac{4,1416 \text{ gram}}{8,926 \text{ gram}} \times 100 \% \\
 &= 46,39 \%
 \end{aligned}$$

b. Katalis NaOH

$$\begin{aligned}
 \text{Konversi (\%)} &= \frac{\text{Rata-rata metil ester yang diperoleh}}{\text{Berat Teoritis}} \times 100 \% \\
 &= \frac{7,1455 \text{ gram}}{8,926 \text{ gram}} \times 100 \% \\
 &= 80,05 \%
 \end{aligned}$$